

# Method of manufacturing a laminated, light transmitting, fire screening panel

**Patent number:** DE2752543  
**Publication date:** 1978-06-01  
**Inventor:** BOEL MARCEL DE (BE); BAUDIN POL (BE); WASTERLAIN MICHEL (BE); COLLIGNON PIERRE (BE)  
**Applicant:** BFG GLASSGROUP  
**Classification:**  
 - international: B32B7/02  
 - european: B32B17/10E18; B32B17/10L10B2B2; B32B17/10L14; B32B37/10B; C03C27/10  
**Application number:** DE19772752543 19771124  
**Priority number(s):** GB19760049850 19761130

## Also published as:

US4175162 (A1)  
 NL7712973 (A)  
 JP53069209 (A)  
 GB1590837 (A)  
 FR2372029 (A1)

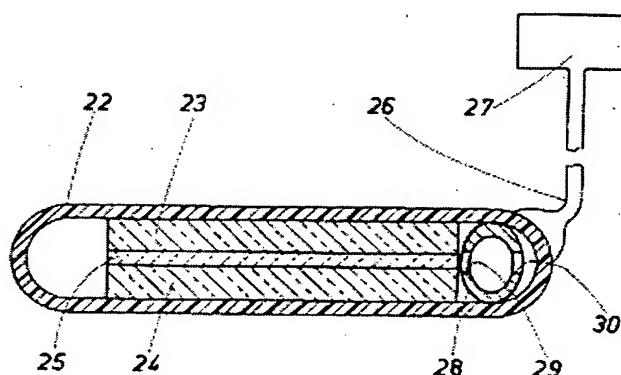
more >>

Report a data error here

Abstract not available for DE2752543

Abstract of corresponding document: **US4175162**

A method of manufacturing a laminated, light-transmitting fire-screening panel comprising at least one solid layer of intumescent material sandwiched between two structural plies without the use of a sheet of plastic material to effect the bonding, comprising the steps of forming a stratum from an intumescent material assembling the stratum and a first structural ply to an inorganic face of a pane comprising a second structural ply so that the stratum is in contact with the inorganic face and sandwiched between the structural plies, enveloping at least the edges of the sandwich assembly in such manner as to define a space around the edges in which sub-atmospheric pressure can be created for subjecting the inter-ply space to suction at the edges, and subjecting the sandwich assembly to a treatment in which at least one of the main external faces of the sandwich assembly is exposed to sub-atmospheric environmental pressure while the sandwich assembly is exposed to heat in a treatment chamber and the inter-ply space is subjected to the aforesaid suction to effect bonding of the various plies without causing the intumescent material to become tumid.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

51

Int. Cl. 2:

B 32 B 7/02

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 27 52 543 A 1

10

# Offenlegungsschrift 27 52 543

21

Aktenzeichen:

P 27 52 543.5

22

Anmeldetag:

24. 11. 77

43

Offenlegungstag:

1. 6. 78

30

Unionspriorität:

32 33 31

30. 11. 78 Großbritannien 49850-78

52

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden Schichtstoff-Platte und das dabei erhaltene Produkt

71

Anmelder:

BFG Glassgroup, Paris

74

Vertreter:

Deufel, P., Dipl.-Chem. Dipl.-Wirtsch.-Ing. Dr.rer.nat.;  
Schön, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Hertel, W., Dipl.-Phys.; Pat.-Anwälte,  
8000 München

72

Erfinder:

Boel, Marcel de, Chatelineau; Baudin, Pol, Fontaine-l'Eveque;  
Westerlain, Michel, Trazegnies; Collignon, Pierre, Marcienelle (Belgien)

DE 27 52 543 A 1

2752543

P a t e n t a n s p r u c h e

(1.) Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden Schichtstoff-Platte mit mindestens einer festen Schicht aus einem intumeszierenden Material, das sandwichartig zwischen zwei Strukturschichten eingeschlossen ist, dadurch gekennzeichnet, daß eine Schicht aus einem intumeszierenden Material hergestellt wird und daß diese und eine erste Strukturschicht dann mit einer anorganischen Oberfläche einer Platte aus einer zweiten Strukturschicht so vereinigt werden, daß diese Schicht mit der anorganischen Oberfläche in Kontakt kommt und sandwichartig zwischen den Strukturschichten eingeschlossen ist, und daß außerdem mindestens die Kanten der auf diese Weise gebildeten Sandwich-Struktur in der Weise umhüllt werden, daß um die Kanten herum ein Raum entsteht, in dem ein Unterdruck erzeugt werden kann, um die Zwischenräume zwischen den Schichten an den Kanten einer Saugwirkung zu unterwerfen, und daß die Anordnung dem Umgebungs-Unterdruck ausgesetzt wird, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen der Sandwichstruktur einwirkt, während die Sandwich-Struktur in einer Behandlungskammer Wärme ausgesetzt wird und die Zwischenräume zwischen den Schichten der Saugwirkung ausgesetzt werden, um eine Bindung zwischen den verschiedenen Schichten zu erzielen, ohne daß das intumeszierende Material aufquillt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkung des umgebenden Unterdruckes und der Erwärmung auf die

809822/0845

ORIGINAL INSPECTED

Sandwichstruktur und die Saugwirkung auf die Zwischenräume zwischen den Schichten gleichzeitig beginnen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der äußere Unterdruck in dem Raum um die Kanten der Sandwich-Struktur herum verschieden ist von dem Umgebungsunterdruck, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen der Sandwich-Struktur für mindestens einen Teil der Behandlungsdauer einwirkt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum während der Behandlung so verringert wird, daß der Unterdruck anfänglich höher ist, jedoch niedriger wird als der Unterdruck, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen einwirkt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der äußere Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum 20 mm Quecksilber oder weniger, vorzugsweise 10 mm Quecksilber oder weniger, beträgt oder auf diesen Wert verringert wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der umgebende Druck, der während der Behandlung auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen einwirkt, auf 500 mm Quecksilber oder weniger, vorzugsweise 200 mm Quecksilber oder weniger, verringert wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch

gekennzeichnet, daß die Umgebungstemperatur während der Behandlung mindestens 50°C beträgt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Umgebungstemperatur während der Behandlung nicht mehr als 120°C beträgt.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Umgebungstemperatur während der Behandlung nicht mehr als 95°C beträgt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Sandwich-Struktur während der Behandlung allmählich erhöht wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß während der Behandlung der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen einwirkende Unterdruck auf einen Wert von 200 mm Quecksilber oder weniger verringert wird, bevor er auf einen Wert oberhalb 400 mm Quecksilber erhöht wird, während die Anordnung allmählich erhitzt wird und während der Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum aufrechterhalten wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Unterdruck um die Kanten der Sandwich-Struktur herum aufrechterhalten wird, nachdem der Umgebungsdruck auf die hauptsächlich(n) äußere(n) Oberfläche(n) der Sandwich-Struktur auf Atmosphärendruck oder höher erhöht worden ist.

2752543

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck um die Kanten der Sandwich-Struktur herum auf Atmosphärendruck erhöht wird, wenn die Sandwich-Struktur die gewünschte Temperatur erreicht hat und nachdem der Umgebungsdruck, der auf die hauptsächliche(n) äußere(n) Oberfläche(n) der Anordnung einwirkt, auf Atmosphärendruck oder höher erhöht worden ist.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Sandwich-Struktur dann einer nachfolgenden Bindungsstufe unterworfen wird.
15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß in der nachfolgenden Bindungsstufe die Sandwich-Struktur Wärme und Druck ausgesetzt wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Sandwich-Struktur in einer Endstufe unter Druck in einem Autoklaven erhitzt wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß während der Bindungsstufe die Temperatur der Sandwich-Struktur allmählich weiter erhöht wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Vorbehandlung und in der Bindungsstufe bei einem Druck oberhalb Atmosphärendruck, vorzugsweise bei einem Druck von mehr als  $10 \text{ kg/cm}^2$ , eine Endbindung erfolgt.
19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch

809822/0845

gekennzeichnet, daß die Absaugung der gasförmigen Substanz(en) aus dem Zwischenraum zwischen den Schichten dadurch erzielt wird, daß man in einer Umhüllung, welche die Sandwich-Struktur umschließt, Unterdruckbedingungen aufrechterhält, während man zwischen der inneren Oberfläche der Umhüllung und den Kanten der Sandwich-Struktur einen Hohlraum beibehält.

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Druckreaktionskräfte, die auf die Ränder der Sandwich-Struktur einwirken würden, von einem oder mehreren Versteifungselementen aufgenommen werden, die innerhalb des Hohlraumes um die Kanten der Sandwich-Struktur herum angeordnet sind.

21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß jede ausgewählte Strukturschicht (Strukturlage) aus einem glasartigen Material besteht.

22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht oder jede Schicht aus dem intumescierenden Material aus einem hydratisierten Alkalimetallsilikat, vorzugsweise aus Natriumsilikat, besteht.

23. Feuerhemmende Platte, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach dem Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche hergestellt worden ist.

MÜLLER-BORÉ · DEUFEL · SCHÖN · HERTEL  
PATENTANWÄLTE

6

2752543

DR. WOLFGANG MÜLLER-BORÉ  
(PATENTANWALT VON 1927-1939)  
DR. PAUL DEUFEL, DIPL.-CHEM.  
DR. ALFRED SCHÖN, DIPL.-CHEM.  
WERNER HERTEL, DIPL.-PHYS.

B 1336

24. NOV. 1977

Anmelder: BFG GLASSGROUP  
Rue Caumartin, 43  
Paris/Frankreich

Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuer-  
hemmenden Schichtstoff-Platte und das dabei erhaltene Produkt

---

809822/0845

8 MÜNCHEN 88 · SIEBERTSTR. 4 · POSTFACH 880729 · KABEL: MUEBOPAT · TEL. (089) 474983 · TELEX 5-24285



### B e s c h r e i b u n g

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden Schichtstoff-Platte mit mindestens einer festen Schicht aus einem intumeszierenden Material, die sandwichartig zwischen zwei Strukturschichten angeordnet ist, sowie die nach einem solchen Verfahren hergestellte Platte.

Beim Bau von Gebäuden müssen manchmal lichtdurchlässige Platten verwendet werden, z.B. in Innenwänden zur Herstellung von Trennwänden, und diese Trennwände müssen gelegentlich bestimmten Feuerbeständigkeits-Anforderungen genügen. Wenn beispielsweise eine Platte einem speziellen Temperaturcyclus für eine bestimmte Zeit ausgesetzt ist, kann eine solche Bedingung die sein, daß die Platte ihre Festigkeit beibehält und nicht zerbricht, so daß sie eine rauchdichte Sperre bleibt, daß sie vollständig feuerbeständig (flammhemmend) ist, daß sie als IR-Strahlungsabschirmungssperre fungiert und daß ihre von der Wärmequelle abgewandte Seite nicht so heiß wird, daß die Gefahr besteht, daß sich eine Person, die sie berührt, verbrennt.

Eine gewöhnliche Glasplatte (Glasfolie) genügt diesen Anforderungen für einen signifikanten Zeitraum eindeutig nicht und es wurde daher bereits vorgeschlagen, Schichtstoffplatten zu verwenden, in denen eine Schicht aus einem intumeszierenden Material sandwichartig zwischen zwei Glasplatten (Glasfolien) eingeschlossen ist. Solche Platten wurden hergestellt durch Aufbringen einer

Schicht aus einem intumeszierenden Material auf eine erste Glasplatte (Glasfolie) und Trocknen der Schicht, so daß sie sich mit der Glasplatte (Glasfolie) verband, und anschließendes Verbinden der Schicht mit einer zweiten Glasplatte (Glasfolie) unter Verwendung einer Zwischenschicht aus einem Kunststoffmaterial, wie Polyvinylbutyral. Obgleich es lange gedauert hat, bis eine solche Platte den oben angegebenen Anforderungen an die Feuerbeständigkeit für ausreichend lange Zeiträume der Einwirkung von Feuer genügte, hat dieses Plattenherstellungsverfahren bestimmte Nachteile, insbesondere in bezug auf die Kosten und in bezug darauf, daß eine Platte (Folie) aus einem Kunststoffmaterial verwendet werden muß.

Ziel der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein neues Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden Schichtstoff-Platte anzugeben, die bei der Einwirkung von Feuer befriedigende feuerhemmende Eigenschaften aufweisen kann und in der nicht eine Platte (Folie) aus einem Kunststoffmaterial, wie Polyvinylbutyral, zum Verbinden der verschiedenen Schichten miteinander verwendet werden muß.

Gegenstand der Erfindung ist allgemein ein Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden Schichtstoff-Platte mit mindestens einer festen (massiven) Schicht aus einem intumeszierenden Material, die sandwichartig zwischen zwei Strukturschichten eingeschlossen ist, das dadurch gekennzeichnet ist, daß aus einem intumeszierenden Material eine Schicht hergestellt wird und daß diese und eine erste Strukturschicht dann mit einer anorganischen Oberfläche einer Platte aus einer zweiten Struktur-

schicht so vereinigt werden, daß diese Schicht mit der anorganischen Oberfläche in Kontakt kommt und sandwichartig zwischen den Strukturschichten eingeschlossen wird, und daß außerdem mindestens die Kanten der so gebildeten Sandwich-Struktur in der Weise umhüllt werden, daß um die Kanten herum ein Raum (Hohlraum) entsteht, in dem ein Unterdruck erzeugt werden kann, um die Zwischenräume zwischen den Schichten an den Kanten einer Saugwirkung zu unterwerfen, und daß diese Anordnung einem Umgebungs-Unterdruck ausgesetzt wird, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen der Sandwich-Struktur einwirkt, während die Sandwich-Struktur in einer Behandlungskammer Wärme ausgesetzt wird und die Zwischenräume zwischen den Schichten der Saugwirkung ausgesetzt werden, um eine Bindung zwischen den verschiedenen Schichten zu erzielen, ohne daß das intumeszierende Material aufquillt.

Unter dem hier verwendeten Ausdruck "Strukturschicht" ist eine Schicht (Lage) zu verstehen, die zu der Festigkeit und/oder Steifheit der fertigen Platte wesentlich beiträgt.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein neues Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerhemmenden (feuerabschirmenden) Schichtstoff-Platte, die eine Schicht aus einem Material aufweist, das bei der Einwirkung von Feuer eine wirksame Feuer Sperre bilden kann, und in der die Anwesenheit einer Schicht (Folie) aus einem Kunststoffmaterial zum Verbinden der verschiedenen Schichten miteinander nicht erforderlich ist. Ein weiterer Vorteil der Erfindung bzw. des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß sie (es) unter Anwendung bekannter Vorrichtungen

durchgeführt werden kann.

Die Durchführung der Behandlung, bei der die Zwischenräume zwischen den Schichten einer Saugwirkung ausgesetzt werden, während die Erhitzung in einem Arbeitsraum bei Unterdruck durchgeführt wird, bietet den Vorteil, daß auf diese Weise die verschiedenen Schichten leicht miteinander verbunden werden können. Dies scheint mindestens zum Teil darauf zurückzuführen zu sein, daß mindestens ein Teil der Luft und gegebenenfalls vorhandenes überschüssiges Wasser oder sonstiges Lösungsmittel (das in dem intumeszierenden Material vorhanden ist) aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten entfernt wird, bevor diese miteinander verbunden werden. Die abgesaugte Luft führt nämlich notwendigerweise eine gewisse Menge Lösungsmitteldampf mit sich.

In einigen Fällen werden in Abhängigkeit von der Temperatur in der Behandlungszone und der Dauer dieser Behandlung große Mengen an Gas, das in dem intumeszierenden Material eingeschlossen ist, entfernt und dies trägt weiter zu den guten Ergebnissen bei. Das Absaugen von Gas zwischen den Schichten an den Kanten der Sandwich-Struktur wird erleichtert durch die Tatsache, daß die gesamte Anordnung einem Umgebungs-Unterdruck ausgesetzt wird. Es wurde gefunden, daß dann, wenn die Anordnung als Ganze nicht einem Umgebungs-Unterdruck ausgesetzt ist, die Saugwirkung auf die Zwischenräume zwischen den Schichten durch Erzeugung eines äußeren Unterdruckes um die Kanten der Sandwich-Struktur herum keinen derart vorteilhaften Effekt hat, was vermutlich darauf zurückzuführen ist, daß Gasblasen zwischen den Schichten (Folien) in dem Zentralabschnitt der Sandwich-Struktur eingeschlossen sind.

809822/0845

Bei dieser Behandlung beginnen die Einwirkung des Umgebungs-Unterdruckes und der Erhitzung auf die Sandwich-Struktur sowie die Saugwirkung auf die Zwischenräume zwischen den Schichten (Folien) vorzugsweise gleichzeitig. Dies hat sich in der Praxis als zweckmäßig erwiesen.

Der äußere Atmosphärenunterdruck in dem Raum um die Kanten der Sandwich-Struktur herum ist zweckmäßig verschieden von dem Umgebungs-Unterdruck, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen der Sandwich-Struktur einwirkt, für mindestens einen Teil der Behandlungsdauer. Auf diese Weise kann die Absaugung von Gasen aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten auf kontrollierte Weise erfolgen.

Der Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum wird vorzugsweise während der Behandlung vermindert, so daß der Unterdruck zu Beginn höher ist, jedoch niedriger wird als der Unterdruck, der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen einwirkt. Dieses Merkmal hilft eine vorzeitige Bindung der Schichten (Folien) zu vermeiden oder mindestens die Bindung in einem solchen Grade zu vermeiden, daß das Absaugen von Luft und irgendwelchen Dämpfen, die zwischen den Schichten (Folien) vorhanden sind, im wesentlichen verhindert wird.

Um eine schnelle Entgasung zu fördern, beträgt der äußere Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum vorzugsweise 20 mm Quecksilber oder weniger, insbesondere 10 mm Quecksilber oder weniger, oder er wird vorzugsweise auf einen solchen Wert vermindert.

Der auf mindestens eine der hauptsächlichlichen äußeren Oberflächen während der Behandlung einwirkende Umgebungs-Druck beträgt vorzugsweise 500 mm Quecksilber oder weniger, insbesondere 200 mm Quecksilber oder weniger, oder er wird vorzugsweise auf einen solchen Wert vermindert.

Diese Drucke liegen genügend weit unterhalb Atmosphärendruck, um das Absaugen der Luft zwischen den Schichten (Folien) im wesentlichen zu erlauben, ohne daß aus dem intumeszierenden Material Wasser in einer Menge eliminiert wird, die für seine intumeszierenden Eigenschaften und für seine optischen Eigenschaften nachteilig ist. Diese Drucke sind auch geeignet zum Verbinden innerhalb eines kurzen Zeitraumes im Falle von Anordnungen, die Folien einer Größe und eines Gewichtes aufweisen, die innerhalb der Bereiche liegen, die normalerweise bei der Herstellung von Glasurplatten angewendet werden. Darüber hinaus kann dann, wenn der Umgebungsdruck, der auf mindestens eine der hauptsächlichlichen äußeren Oberflächen einwirkt, 200 mm Quecksilber oder weniger beträgt oder auf diesen Wert verringert wird, der Einfluß der Einwirkung von Atmosphärendruck oder eines höheren Umgebungsdruckes auf die Sandwich-Struktur am Ende der Behandlung, um die Schichten (Folien) zusammenzupressen, bemerkenswert sein.

Die Umgebungstemperatur während dieser erfindungsgemäßen Behandlung beträgt vorzugsweise mindestens 50°C, sie kann beispielsweise 60°C oder mehr betragen. Bei dieser Temperatur kann das Absaugen der Luft aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten ausreichend schnell erfolgen. Die Umgebungstemperatur ist jedoch vorzugsweise nicht höher als 120°C. Wenn die Temperatur bei diesem

Wert oder unterhalb dieses Wertes gehalten wird, besteht nur eine geringe Gefahr, daß die Absaugung der Luft aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten durch vorzeitiges Verbinden der Schichten (Folien) verhindert wird oder daß das intumeszierende Material feucht wird. Das heißt mit anderen Worten, die Umgebungstemperatur wird so gewählt, daß die Temperatur der intumeszierenden Schicht unterhalb des Wertes gehalten wird, bei dem das Material, aus dem sie besteht, intumesziert. Unter Berücksichtigung der Druckbedingungen beträgt diese Temperatur vorzugsweise nicht mehr als 95°C, sie kann beispielsweise 70°C oder weniger betragen.

Während der Behandlung kann die Temperatur der Sandwich-Struktur konstant gehalten werden, das heißt, die Sandwich-Struktur kann auf die Umgebungstemperatur vorerwärmt werden, die in der Behandlungskammer herrscht. Die Temperatur der Sandwich-Struktur wird jedoch während dieser Behandlung vorzugsweise allmählich erhöht. Durch diese Erhöhung der Temperatur wird darüber hinaus die gleichmäßige Entgasung über die gesamte Fläche der Sandwich-Struktur gefördert, ohne daß diese Entgasung unterbrochen wird als Folge der vorzeitigen wirksamen Verbindung der Schichten (Folien) miteinander. Die Behandlung kann beispielsweise in einer Zone erfolgen, in welche die Sandwich-Struktur ohne Vorerwärmung eingeführt wird, so daß sie innerhalb dieser Umgebung (Zone) erwärmt wird, während die Behandlung fortschreitet.

Aus wirtschaftlichen Gründen wird die Zone (Kammer) vorzugsweise bei einer praktisch konstanten Temperatur während der Herstellung der Schichtstoffe gehalten, anstatt sie abkühlen zu lassen und sie jedesmal bei der Einführung einer Sandwich-Struktur oder einer

Charge von Sandwich-Strukturen wieder zu erwärmen.

Bei einer anderen bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der während der Behandlung auf mindestens eine der hauptsächlichen äußeren Oberflächen einwirkende Unterdruck bis auf einen Wert von 200 mm Quecksilber oder weniger vermindert, bevor er auf einen Wert von mehr als 400 mm Quecksilber erhöht wird, während die Anordnung allmählich erhitzt wird und während der Unterdruck innerhalb des Raumes um die Kanten herum aufrechterhalten wird.

Der Unterdruck um die Kanten der Sandwich-Struktur herum wird vorzugsweise aufrechterhalten, nachdem der Umgebungsdruck auf die hauptsächliche(n) äußere(n) Oberfläche(n) der Sandwich-Struktur auf Atmosphärendruck oder höher erhöht worden ist. Dieses Behandlungsprogramm kann dadurch erzielt werden, daß man den Unterdruck um die Kanten herum einstellt, während sich die Sandwich-Struktur in einer Umgebung (Zone) befindet, in welcher der Umgebungsdruck unterhalb Atmosphärendruck liegt, und dann, nach einer geeigneten Zeitspanne, das Innere der Kammer (Zone) mit der Atmosphäre verbindet, während man die Kanten der Sandwich-Struktur mit einer Zone in Verbindung hält, in welcher der Druck unterhalb Atmosphärendruck gehalten wird.

Bei den am meisten bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung wird der Druck um die Kanten der Sandwich-Struktur herum auf Atmosphärendruck erhöht, wenn die Sandwich-Struktur die gewünschte Temperatur erreicht hat und nachdem der Umgebungsdruck, der auf die hauptsächliche(n) äußere(n) Oberfläche(n) der Anordnung einwirkt,



auf Atmosphärendruck oder höher erhöht worden ist. Dadurch wird, wie gefunden wurde, die Bindung begünstigt.

Bei bestimmten, besonders vorteilhaften Ausführungsformen der Erfindung wird die Sandwich-Struktur, nachdem der auf mindestens eine der hauptsächlich äußeren Oberflächen einwirkende Umgebungs-Unterdruck erhöht worden ist, vorzugsweise auf Atmosphärendruck erhöht worden ist, dann einer nachfolgenden Bindungsstufe unterworfen. Zweckmäßig wird in einer solchen nachfolgenden Stufe die Sandwich-Struktur Wärme und Druck ausgesetzt, wodurch eine bessere Bindung zwischen ihren verschiedenen Schichten ermöglicht wird. Bei dieser Bindungsstufe kann die Sandwich-Struktur gewünschtenfalls in der für die Vorbehandlung verwendeten Kammer (Zone) verbleiben oder sie kann aus dieser Kammer (Zone) herausgenommen werden, um die Behandlung einer nachfolgenden Sandwich-Struktur zu ermöglichen. Vorzugsweise wird die Sandwich-Struktur unter Druck in einem Autoklaven in einer Endstufe erhitzt, um irgendwelche möglichen Restblasen aus ihren Kanten zu entfernen.

Während der Bindungsstufe, die auf die Vorbehandlung folgt, wird die Temperatur der Sandwich-Struktur vorzugsweise allmählich weiter erhöht. So kann beispielsweise die Sandwich-Struktur nach der Vorbehandlung bei Unterdruck in eine Zone eingeführt werden, in der die Temperatur oberhalb 100°C liegt. Die dadurch erzielte thermische Wirkung hat einen mehrfachen günstigen Einfluß auf die Entgasung und die Geschwindigkeit der Arbeitsgänge und sie fördert die wirksame Verbindung der Schichten (Folien) miteinander. Diese Temperatur muß einen solchen Wert haben, daß die Intumescenz der sandwichartig eingeschlossenen Schicht vermieden wird, so daß

dann, wenn die Temperatur der Sandwich-Struktur auf mehr als  $100^{\circ}\text{C}$  erhöht wird, die Sandwich-Struktur in einer Umgebung (Zone) vorliegen muß, in der ein Überdruck herrscht.

Diese Erhöhung der Temperatur während der Bindungsstufe kann stattfinden, bevor und/oder nachdem die durch den Unterdruck in dem Raum um die Kante herum erzeugte Saugwirkung beendet worden ist, wobei man annimmt, daß diese Beendigung im Verlaufe der Bindungsstufe erfolgt.

Die auf die Vorbehandlung folgende Endbindungsstufe wird vorzugsweise bei einem Druck oberhalb Atmosphärendruck durchgeführt. Zur Erzielung der besten Ergebnisse sollte, wie derzeit angenommen wird, diese Bindung bei Drucken von mehr als  $10 \text{ kg/cm}^2$ , beispielsweise bei  $13 \text{ kg/cm}^2$ , erfolgen.

Der Unterdruck in dem Raum um die Kanten herum, durch den die gasförmige(n) Substanz(en) aus dem Zwischenraum zwischen den Schichten abgesaugt wird (werden), kann in einer Abdichtungseinrichtung in Form eines endlosen Rohres erzeugt werden, das an seinem inneren Umfang offen ist, unter Bildung von endlosen einander gegenüberliegenden Lippen, die sie gegenüber den Hauptoberflächen der Sandwich-Struktur an ihrem Rand abdichten. In diesem Falle wird, unabhängig von dem Material, aus dem die Abdichtungseinrichtung besteht, die Wärmeisolierung der Oberflächen der Sandwich-Struktur gegenüber der Umgebungswärme auf ein Minimum herabgesetzt.

Bei bevorzugten Ausführungsformen wird diese Absaugung der gasförmigen Substanz(en) aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten

dadurch erzielt, daß man in einer Umhüllung, welche die Sandwich-Struktur einschließt, Unterdruckbedingungen aufrechterhält, wobei man gleichzeitig einen Hohlraum zwischen der inneren Oberfläche der Umhüllung und den Sandwich-Kanten aufrechterhält. In diesem Falle ist es leicht, eine gleichmäßige Wärmeverteilung über die gesamte Sandwich-Struktur aufrechtzuerhalten, wenn dies erwünscht ist. Beim Arbeiten auf diese Weise ist es auch möglich, an die Hauptoberflächen der Sandwich-Anordnung einen gleichmäßigen Druck anzulegen. Dies kann bedeutsam sein. Unter bestimmten Umständen können bei Verwendung eines Schlitz-Abdichtungsrohres, dessen Schlitzkanten dieses gegenüber den Rändern der Hauptoberflächen der Sandwich-Struktur abdichten und den Raum um die Kanten herum begrenzen, und wenn der Druck in diesem Kantenraum unterhalb des Umgebungsdruckes in einer Behandlungskammer liegt, die durch die Schlitzkanten des Rohres ausgeübten Reaktionskräfte bewirken, daß die äußeren Schichten der Anordnung konvex werden. Wenn der Druck in diesem Kantenraum dann erhöht wird bis er gleich dem Umgebungsdruck in der Kammer ist, beispielsweise auf Atmosphärendruck, dann entspannt sich diese konvexe Form wieder und es kann sein, daß in die Kanten einer sandwichartig eingeschlossenen Schicht aus dem intumeszierenden Material Luftblasen eingesaugt werden. Wenn dies auch nicht immer vorkommt und trotz der Tatsache, daß derartige Blasen im allgemeinen durch einen Rahmen maskiert werden, in den die fertige Platte eingesetzt wird, ist dies jedoch eindeutig nicht erwünscht. Außerdem kann es sein, daß dann, wenn der Umgebungsdruck in einer Behandlungskammer in einer nachfolgenden Bindungsstufe bis auf einen Atmosphärenüberdruck erhöht wird, die die äußeren Oberflächen der Sandwich-Struktur bildenden Schichten (Folien) konkav werden, was zu einem Produkt führt, das nicht eben ist.

809822/0846

Durch die Verwendung einer solchen Umhüllung werden diese Schwierigkeiten vermieden, da dadurch eine gleichmäßigere Druckverteilung erzielt werden kann.

Zur Erzielung der besten Ergebnisse werden die Druckreaktionskräfte, die sonst auf die Kanten (Ränder) der Sandwich-Struktur einwirken würden, von einem oder mehreren Versteifungselementen aufgenommen, die innerhalb des Raumes um die Kanten der Sandwich-Struktur herum angeordnet sind.

In den Fällen, in denen nur eine geringe Gefahr besteht, daß ein Feuer auf einer Seite einer erfindungsgemäß hergestellten Platte ausbricht, kann die Strukturschicht, die auf dieser Seite angeordnet sein soll, beispielsweise aus einem Kunststoffmaterial bestehen. Vorzugsweise handelt es sich jedoch bei dieser Strukturschicht jeweils um eine glasartige Schicht (Folie).

Unter dem hier verwendeten Ausdruck "glasartig" ist sowohl Glas selbst als auch ein vitrokristallines Material zu verstehen, das dadurch hergestellt werden kann, daß man ein Glas einer Behandlung unterzieht, welche die Bildung einer oder mehrerer kristalliner Phasen darin induziert.

Bei bestimmten Ausführungsformen der Erfindung wird eine solche intumeszierende Schicht auf der ersten Strukturschicht erzeugt und direkt mit der zweiten Strukturschicht verbunden zur Herstellung der Platte. Vorzugsweise ist diese intumeszierende Schicht jedoch aus einer Vielzahl von Schichten aufgebaut. Durch Erhöhung der Dicke dieser intumeszierenden Schicht wird natürlich ihre Wirksamkeit

als feuerabachirmende Sperrschicht erhöht und die vorliegende Erfindung schafft ein Verfahren, das besonders geeignet ist für die Herstellung von dicken, qualitativ hochwertigen Schichten. Es ist sehr schwierig, in einer Stufe eine dicke Schicht aus einem intumeszierenden Material herzustellen, die zufriedenstellende optische Eigenschaften aufweist. So kann beispielsweise die anorganische Oberfläche der Platte, welche die zweite Strukturschicht darstellt, auf welcher eine intumeszierende Schicht auf der ersten Strukturschicht aufgebracht werden kann, aus einer Oberfläche einer zweiten Schicht aus einem intumeszierenden Material bestehen, die vor dem Zusammenbau der Sandwich-Struktur auf die zweite Strukturschicht aufgebracht und damit verbunden worden ist.

Bei bestimmten Ausführungsformen der Erfindung wird die oder jede Schicht aus dem intumeszierenden Material vorher auf einem Zwischenträger gebildet, der während des Zusammenbaus der Sandwich-Struktur von der Schicht entfernt wird. Ein solcher Träger besteht vorzugsweise aus einem flexiblen Material, wie z.B. Polyäthylen, Polyvinylchlorid oder einem Silicon, so daß er leicht von der Schicht abgezogen werden kann, nachdem die Haftungsübertragung der letzteren auf die Strukturschicht oder eine vorher übertragene Schicht durchgeführt worden ist. Zweckmäßig kann die oder jede Schicht aus dem intumeszierenden Material auf einem Zwischenträger vorher hergestellt werden, indem man dieses Material im fließfähigen Zustand auf eine dampfdurchlässige (gasdurchlässige) Form aufbringt und dann erstarren läßt, um die Schicht zu bilden. Auf diese Weise ist es leicht möglich, die Schwierigkeiten zu vermeiden, die auftreten, wenn man versucht,

eine gleichmäßige Schicht einer guten Qualität herzustellen, die eine der Strukturschichten vollständig bedeckt. Auch hat sich dieses Verfahren als zweckmäßiger für den Aufbau von dicken Schichten aus dem intumeszierenden Material erwiesen. Selbstverständlich liegt es auch innerhalb des Rahmens der vorliegenden Erfindung, eine Platte herzustellen, deren Sandwich-Schicht beispielsweise drei Schichten enthält, indem man eine dieser Schichten auf jede Strukturschicht und eine dritte Schicht auf einen Zwischenträger aufbringt, aus Gründen der Gleichmäßigkeit in einem großtechnischen Verfahren ist es jedoch möglich, jede dieser Schichten auf genau die gleiche Weise auf einem Zwischenträger zu erzeugen und sie dann nacheinander auf eine Strukturschicht zu übertragen.

Bei dem intumeszierenden Material handelt es sich vorzugsweise um ein hydratisiertes (wasserhaltiges) Metallsalz. Beispiele für Metallsalze, die in hydratisierter Form verwendet werden können, sind folgende:

Aluminate, z.B. Natrium- oder Kaliumaluminat,  
Plumbate, z.B. Natrium- oder Kaliumplumbat,  
Stannate, z.B. Natrium- oder Kaliumstannat,  
Alaune, z.B. Natriumaluminiumsulfat oder Kaliumaluminiumsulfat,  
Borate, z.B. Natriumborat,  
Phosphate, z.B. Natriumorthophosphate, Kaliumorthophosphate und Aluminiumphosphat.

Für die Verwendung in einer solchen Schicht aus einem intumeszierenden Material besonders gut geeignet sind hydratisierte Alkalimetallsilikate, wie Natriumsilikat.

Diese Substanzen haben sehr gute Eigenschaften für den hier in Betracht gezogenen Verwendungszweck. Sie können in vielen Fällen transparente Schichten bilden, die an Glas oder einem vitrokristallinen Material gut haften. Wenn sie genügend erhitzt werden, siedet das gebundene Wasser und die Schichten schäumen, so daß das hydratisierte Metallsalz in eine opake, feste, poröse Masse einer zellulären Form umgewandelt wird, in der es sehr gut wärmeisolierend ist und an dem Glas oder dem vitrokristallinen Material weiterhin gut haftet.

Dieses Merkmal ist besonders bedeutsam, weil auch dann, wenn alle Strukturschichten der Platte durch den Wärmeschock reißen oder zerbrechen, die Platte dennoch ihre Wirksamkeit als Sperre gegenüber Wärme und Rauch beibehalten kann, da die Bruchstücke der Schichten in ihrer Position verbleiben, in der sie durch das umgewandelte Metallsalz miteinander verbunden sind.

Das intumeszierende Material wird zweckmäßig durch Trocknen einer wäßrigen Lösung zu einer Schicht geformt. Bei Verwendung von Natriumsilikat wird vorzugsweise eine Lösung verwendet, in welcher das Gewichtsverhältnis von  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  3,3 bis 3,4 beträgt und deren Dichte 37 bis 40° Baumé beträgt. Das intumeszierende Material kann in feuchtem (nassen) Zustand durch Aufgießen, Eintauchen oder Aufsprühen zur Bildung einer Schicht auf einen Träger (bei dem es sich um einen temporären Träger (Zwischenträger) oder um einen dauerhaften Träger handeln kann) aufgetragen werden. Die Schicht aus dem intumeszierenden Material wird zweckmäßig getrocknet, indem man sie in einen warmen Luftstrom mit einer kontrollierten Temperatur und Feuchtigkeit, z.B. in Luft von 35°C und 50 % relativer Feuchtigkeit, bringt. Dieser warme Luft-

strom kann beispielsweise mittels eines Gebläses darauf gerichtet werden.

Bei Verwendung von Natriumsilikat als intumeszierendem Material wird die Schicht vorzugsweise so lange getrocknet, bis sie 30 bis 40 Gew.-% Wasser enthält. Dabei muß berücksichtigt werden, daß der Zusammenhang der Schicht größer ist bei geringeren Wassermengen, daß jedoch die Wirksamkeit der Schicht als intumeszierende feuerhemmende Sperrschicht um so besser ist, je mehr Wasser darin enthalten ist.

Bei einigen Ausführungsformen wird eine Schicht aus einem hydratisierten Metallsalz verwendet, die nur durchscheinend ist, das hydratisierte Metallsalz bildet jedoch vorzugsweise bei Umgebungstemperatur eine transparente feste Schicht. Natriumsilikat, Natriumaluminiumsulfat und Aluminiumphosphat können transparente Schichten bilden. Die Menge des aufgetragenen intumeszierenden Materials ist vorzugsweise so groß, daß mindestens eine Schicht von bis zu 8 mm Dicke gebildet wird. Eine solche Schicht kann aus Schichten einer Dicke von 0,1 bis 3 mm, beispielsweise zwischen 0,8 und 1,5 mm, aufgebaut werden. Es wurde gefunden, daß solche Schichtdicken einen guten Kompromiß zwischen den Kosten, der Lichtdurchlässigkeit vor der Einwirkung des Feuers und der Feuerbeständigkeit darstellen.

Die oder jede glasartige Schicht für den Einbau in die Platte kann getempert, beispielsweise chemisch getempert, werden.

Es wurde gefunden, daß glasartige Schichten (Platten oder Folien)



bei längerem Kontakt mit verschiedenen intumeszierenden Materialien, z.B. hydratisierten Metallsalzen, in variierendem Grade beeinträchtigt (verschlechtert) werden. Dies ist besonders wichtig im Falle von transparenten oder gefärbten Schichten (Platten oder Folien), da bei ihnen ein Verlust an Transparenz oder eine Farbänderung auftreten kann. Zweckmäßig wird deshalb ein Schutzüberzug auf mindestens eine und vorzugsweise auf jede Oberfläche einer glasartigen Schicht aufgebracht, bevor das intumeszierende Material auf diese Oberfläche aufgebracht wird, wobei der Schutzüberzug aus einer Substanz besteht, die so ausgewählt wird, daß sie die Wechselwirkung zwischen dem intumeszierenden Material und der Oberfläche der Schicht (Lage) verhindert. Ein solcher Schutzüberzug besteht vorzugsweise aus einer wasserfreien Metallverbindung, die auf eine oder mehrere Schichtenoberflächen aufgebracht wird, da diese Überzüge sehr wirksame Schutzschichten bilden können. Vorzugsweise wird die wasserfreie Metallverbindung durch Hydrolyse aufgebracht, da dies in der Praxis zweckmäßig ist. Eine andere sehr geeignete Art der Aufbringung der wasserfreien Metallverbindung ist die durch Pyrolyse.

Der Schutzüberzug ist vorzugsweise 100 bis 1000 Å-Einheiten dick, um so einen nicht-porösen Überzug zu liefern, ohne daß unerwünschte Interferenzeffekte auftreten.

Ein Kriterium, welches die Wahl eines geeigneten Überzugsmaterials bestimmt, ist natürlich die Zusammensetzung des intumeszierenden Materials. Wenn beispielsweise das intumeszierende Material aus einem hydratisierten Metallsalz besteht, das ausgewählt wird

aus der Gruppe Natriumaluminiumsulfat, Aluminiumphosphat und der Alkalimetallsilikate, so wird die wasserfreie Metallverbindung vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe Zirkoniumoxid und wasserfreies Aluminiumphosphat. Es ist überraschend, daß ein Schutzüberzug aus wasserfreiem Aluminiumphosphat, der auf eine glasartige Schicht (Folie) aufgebracht wird, dazu dient, um eine Wechselwirkung zwischen der glasartigen Schicht (Folie) und der angrenzenden Schicht aus hydratisiertem Aluminiumphosphat im wesentlichen zu verhindern.

Erfindungsgemäß ist die Verwendung anderer Materialien jedoch nicht ausgeschlossen. Wenn beispielsweise das intumeszierende Material aus hydratisiertem Aluminiumphosphat besteht, sind auch Titanoxid und Zinnoxid sehr gut geeignet als Überzugsmaterialien.

Alternativ oder zusätzlich kann auch ein Überzug mit anderen Eigenschaften auf eine glasartige Schicht (Folie) der Platte aufgebracht werden. So kann beispielsweise ein infrarotes Licht reflektierender Überzug aus einem Edelmetall, Kupfer, Aluminium oder einem Oxid aufgebracht werden und dies hat den Vorteil, daß ein gewisser Schutz für das intumeszierende Material gegenüber der Absorption von infraroter Strahlung erzielt wird, die bewirken könnte, daß das intumeszierende Material opak wird und Blasen entstehen, auch bevor Feuer auf es einwirkt. Außerdem kann durch Verwendung eines solchen, infrarotes Licht reflektierenden Überzugs die Zeit verlängert werden, die die Schicht zum Intumeszieren beim Ausbrechen eines Feuers benötigt und dadurch wird auch die Zeit verlängert, innerhalb der eine Schutzwirkung gegeben ist.

Die Erfindung wird nachfolgend an Hand bevorzugter Ausführungsformen unter Bezugnahme auf die beiliegenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine vertikale Längsschnittansicht einer Vorrichtung zur Durchführung einer Vorbehandlung gemäß der Erfindung;

Fig. 2 ein Diagramm, welches die Änderung der Temperatur und der Drucke während der Durchführung der Behandlung zeigt;

Fig. 3 eine Aufrißansicht im Schnitt einer Anordnung, die in einer alternativen Form der Kanten-Absaug-Einrichtung angeordnet ist;

Fig. 4 eine Querschnittsansicht einer Form, die zur Herstellung einer Schicht aus einem intumeszierenden Material verwendet werden kann; und

Fig. 5 und 6 Querschnittsansichten von Sandwich-Anordnungen vor dem Verbinden.

Die in Fig. 1 erläuterte Vorrichtung besteht aus einem Behälter 1, der durch Trennwände 5 und 6 in drei Kammern 2, 3 und 4 unterteilt ist, die jeweils durch automatische Mechanismen 7 und 8 kontrolliert (gesteuert) werden. Eine Walzen-Fördereinrichtung 9 ist so angeordnet, daß der Förderbereich einem Wege durch die Kammern 2, 3 und 4 bis zu einer Austragsstation (nicht dargestellt) folgt, und ihr Umkehrbereich unterhalb des Behälters 1 zu einer

Beschickungsstation (nicht dargestellt) zurückkehrt. Die Abteile 2 und 3 sind jeweils mit Heizelementen 10, 11, 12 und 13 ausgestattet. Zwei Vakuumpumpen 14 und 15 stehen mit dem Abteil 2 in Verbindung. Die Pumpe 14 ist an die umgebende Atmosphäre innerhalb des Abteils 2 angeschlossen und die Pumpe 15 ist über eine Rohrleitung 16 an ein Abdichtungsrohr 17 angeschlossen, das aus einem flexiblen Material besteht. Die dargestellte Vorrichtung funktioniert wie folgt:

Das flexible Abdichtungsrohr 17 ist ein endloses Rohr, das an seinem inneren Umfang offen ist und in den Rand der Sandwich-Struktur paßt, die den Schichtstoff aufbaut. Die dargestellte Sandwich-Struktur besteht aus zwei Glasfolien 18 und 19 und einer dazwischenliegenden intumeszierenden Schicht 20. Diese Sandwich-Struktur wird auf einen Träger 21 gelegt, der mittels der Walzen-Fördereinrichtung 9 in das Abteil 2 befördert wird, wonach der Eingang in das Abteil dann geschlossen wird. Die Heizelemente 10 und 11 halten die Temperatur in diesem Abteil bei etwa 120°C.

Noch der Einführung in das Abteil 2 wird die Sandwich-Struktur sofort erhitzt. Gleichzeitig erzeugt die Vakuumpumpe 14 in dem Abteil 2 einen Druck, der unterhalb Atmosphärendruck liegt und nicht mehr als 500 mm Quecksilber, vorzugsweise nicht mehr als 200 mm Quecksilber, beträgt. In einem speziellen Falle, der zum Verbinden von Sandwich-Strukturen, die Silikatschichten enthalten, besonders geeignet ist, z.B. zum Verbinden von Sandwich-Strukturen, wie sie in den nachfolgenden Beispielen 1 bis 5 näher beschrieben werden, wird der Umgebungsdruck in dem Abteil 2 bei etwa 70 mm Quecksilber gehalten, während die Pumpe 15 den Druck innerhalb des

Rand-Abdichtungsrohres 17 auf einige wenige mm Quecksilber verringert.

Die Sandwich-Struktur wird in dem Abteil 2 allmählich erhitzt, um die Entgasung zu erleichtern. Bei einer speziellen Ausführungsform, die für Silikatschichten besonders geeignet ist, wird die Temperatur der Sandwich-Struktur mit einer Geschwindigkeit von etwa  $3^{\circ}\text{C}$  pro Minute erhöht. Bevor die Temperatur der Sandwich-Struktur  $70^{\circ}\text{C}$  erreicht hat, z.B. wenn die Temperatur zwischen  $30$  und  $40^{\circ}\text{C}$  liegt, wird der Umgebungsdruck in dem Abteil 2 bis auf Atmosphärendruck erhöht. Dieser Druck wirkt auf die obere hauptsächlich äußere Oberfläche der Sandwich-Struktur. Die Pumpe 15 wird gestoppt, während die Rohrleitung 16 geschlossen wird, so daß innerhalb des Rohres 17 inzwischen der Unterdruck aufrechterhalten wird, während die Sandwich-Struktur in dem Abteil 2 weiterhin erhitzt wird, bis sie eine Temperatur von fast  $70^{\circ}\text{C}$  erreicht hat.

Ein spezifisches Temperatur- und Druck-Behandlungsprogramm einer Sandwich-Struktur in dem Abteil 2 ist in der Fig. 2 dargestellt. In der Fig. 2 gibt die Ordinate den Druck in mm Hg und die Temperatur in  $^{\circ}\text{C}$  an, während auf der Abzisse die Zeit in Minuten angegeben ist. Die dicke durchgezogene Linie A zeigt, wie die Temperatur einer in das Abteil 2 eingeführten Sandwich-Struktur von einem Anfangswert von  $20^{\circ}\text{C}$  nach 15 Minuten bis auf einen Wert von etwa  $70^{\circ}\text{C}$  ansteigt. Die schwache durchgezogene Linie B gibt die Schwankungen des Umgebungs-Druckes in dem Abteil 2, d.h. den Druck an, der auf die obere hauptsächlich äußere Oberfläche der Sandwich-Struktur einwirkt, während die gestrichelte Linie

C die Schwankungen des Druckes innerhalb des Randabdichtungsrohres, d.h. des Druckes, der auf die Kanten der Sandwich-Struktur einwirkt, angibt.

Es sei darauf hingewiesen, daß nach dem dargestellten Programm die auf die Sandwich-Struktur einwirkenden Drucke vermindert werden, sobald die Sandwich-Struktur in das Abteil 2 eintritt, so daß nach 3 Minuten der auf die Hauptoberfläche der Sandwich-Struktur einwirkende Druck auf 70 mm Hg vermindert wird, während der auf die Kanten der Anordnung einwirkende Druck nach dem Ablauf von 3 1/2 Minuten bis auf einige wenige mm Hg vermindert wird. Für den größten Teil dieser Anfangsperiode, während der die Drucke vermindert werden, bleibt der auf die Kanten der Sandwich-Struktur einwirkende Druck höher als derjenige, der auf die obere Hauptoberfläche der Anordnung einwirkt. Diese Drucke werden aufrechterhalten, bis 6 Minuten verstrichen sind, wobei die Temperatur der Sandwich-Struktur zwischen 35 und 40°C liegt. Der Umgebungsdruck innerhalb der Kammer wird dann auf Atmosphärendruck ansteigen gelassen, der, wie gezeigt, nach 7 Minuten erreicht wird. Inzwischen läßt man den auf die Kanten der Sandwich-Struktur einwirkenden Druck von einigen wenigen mm Hg bis auf etwa 50 mm Hg ziemlich schnell ansteigen und man läßt ihn weiter ansteigen, diesmal jedoch langsamer, von 50 mm Hg bis auf etwa 200 mm Hg nach 15 Minuten.

Die Rohrleitung 16 (Fig. 1) wird dann von dem Abdichtungsrohr 17 getrennt, so daß die gesamte Sandwich-Struktur Atmosphärendruck ausgesetzt wird, der automatische Mechanismus 7 öffnet die Trennwand 5 und der die Sandwich-Struktur tragende Träger 21 wird durch die Walzen-Fördereinrichtung 9 in das Abteil 3 befördert,

das mittels der Heizelemente 12, 13 bei einer Temperatur gehalten wird, die höher ist als diejenige des Abteils 2. In dem Abteil 3 wird die Sandwich-Struktur weiter erhitzt, bis die Temperatur 135°C erreicht hat. In der Zwischenzeit wird der Druck in dem Abteil 3 bis auf 13 kg/cm<sup>2</sup> erhöht.

Wenn diese festen Bindungsbedingungen eingestellt worden sind, öffnet der automatische Mechanismus 8 die Trennwand 6, so daß der Träger 21 mittels der Fördereinrichtung 9 in das Abteil 4 transportiert werden kann, in dem der Druck allmählich gesenkt wird und in dem die Sandwich-Struktur langsam abgekühlt wird, bevor sie in die Entladestation (Austragsstation) transportiert wird.

Die Fig. 3 zeigt eine andere Einrichtung zum Absaugen der überschüssigen Fluidsubstanz(en) aus den Zwischenräumen zwischen den Schichten (Folien) der Sandwich-Struktur an ihren Kanten.

Diese Einrichtung besteht aus einer Umhüllung 22, welche die gesamte Sandwich-Struktur aus den Glasfolien 23 und 24 und der dazwischenliegenden intumeszierenden Schicht 25 einschließt.

Die Umhüllung ist mittels einer Vakuumleitung 26 an eine Pumpe 27 angeschlossen, durch welche innerhalb der Umhüllung ein Unterdruck aufrechterhalten werden kann, um die Zwischenräume zwischen den Schichten einer Saugwirkung ausgesetzt zu halten. Wenn die Pumpe in Betrieb ist, werden die oberen und unteren Wände der Umhüllung gegen die äußeren Hauptoberflächen der eingeschlossenen Sandwich-Struktur gezogen. Die Umhüllung, mindestens in ihrer peripheren Zone, ist jedoch ausreichend steif, so daß sie nicht auf die Kanten der Sandwich-Struktur füllt, so daß ein Zwischenraum (Hohlraum) innerhalb der Umhüllung um die Kanten der Sandwich-

Struktur herum bestehen bleibt, der mittels der Pumpe 27 bei Unterdruck gehalten wird. Die Verwendung einer Umhüllung, welche die Sandwich-Struktur umgibt, bietet den Vorteil, daß die Größe der Umhüllung in bezug auf die Dimension der Sandwich-Struktur nicht kritisch ist. Die Umhüllung kann leicht auf Sandwich-Strukturen der verschiedensten Größe aufgebracht werden. Außerdem behindert die Umhüllung nicht das gleichmäßige Erhitzen der gesamten Sandwich-Struktur, wenn dies erwünscht sein sollte. Ferner wird durch Verwendung einer solchen Umhüllung das Anlegen eines einheitlichen Druckes an die gesamte Fläche der Hauptoberflächen der Sandwich-Struktur während ihrer Behandlung erleichtert, so daß die Reaktionskräfte, die entstehen aufgrund der Druckdifferenzen zwischen der Umgebung, in welcher die Umhüllung vorliegt, und dem Hohlraum innerhalb der Umhüllung nicht so groß sind, daß dadurch eine Biegung der äußeren Schichten bzw. Folien 23, 24 der Sandwich-Struktur hervorgerufen wird. Wie weiter oben erläutert, kann eine solche Biegung zur Bildung von Blasen in den Rändern der Schicht 25 und auch zur Bildung eines nicht-ebenen Endproduktes führen.

Bei einer Variante der vorstehend beschriebenen Ausführungsform kann in dem Hohlraum innerhalb der Umhüllung 22 gegebenenfalls ein Versteifungselement 28 vorgesehen sein. Dieses Versteifungselement 28 kann in Form eines Rohres vorliegen, das, wie gezeigt, mit Löchern 29, 30, versehen ist, so daß die Ränder der intumescierenden Schicht 25 angesaugt werden können. Ein solches Versteifungselement 28 kann die Ränder der Schichten bzw. Folien 23, 24 gegenüber praktisch allen Reaktionskräften, die eine Folge der Druckdifferenzen an den Wänden der Umhüllung 22 sind, entlasten. Ein solches Versteifungselement kann auch in Verbindung



mit irgendeiner anderen Form einer Umhüllung für den Rand dieser Sandwich-Struktur, wie z.B. das in Fig. 1 dargestellte Abdichtungsrohr, verwendet werden.

Bei einer Abänderung des in bezug auf die Fig. 1 beschriebenen Verfahrens der Erfindung kann die Sandwich-Struktur in der ersten Kammer 2 so lange bei Atmosphärendruck gehalten werden, bis ihre Temperatur 90°C erreicht hat. Auf diese Weise kann eine zufriedenstellende Bindung erzielt werden. Bei Abänderungen des Temperatur- und Druck-Programmes, wie es in Fig. 2 erläutert ist, wird der Unterdruck in dem Raum um die Kanten der Sandwich-Struktur herum bis auf etwa 10 mm Hg und bis auf etwa 20 mm Hg vermindert. Bei diesen Varianten wird der Umgebungs-Druck innerhalb der Kammer bis auf etwa 200 mm Hg bzw. etwa 300 mm Hg vermindert. Wenn man auf diese Weise arbeitet, kann die Temperatur der Sandwich-Struktur schneller erhöht werden, ohne daß die Gefahr einer Intumescenz besteht. Bei einer weiteren Variante wird der auf die Oberflächen und Kanten der Sandwich-Struktur einwirkende Unterdruck praktisch gleichzeitig entspannt.

Die Fig. 4 bis 6 erläutern die Art und Weise, wie eine Sandwich-Struktur hergestellt werden kann.

In der Fig. 4 liegt eine Form 31 mit Seitenwänden 32 und einer Basis 33 aus Polyvinylchlorid, Polyäthylen oder irgendeinem anderen geeigneten Material auf einem Luftkasten 34 vor, der aus einer Trägerplatte 35 besteht, die durch eine Wand 37 und dazwischliegende Abstandhalter 38 in einem Abstand von einer Basisplatte 36 gehalten wird. Die Trägerplatte 35 ist mit Lüchern 39 versehen,

so daß dann, wenn das Innere 40 des Luftkastens 34 an eine Vakuumpumpe (nicht dargestellt) angeschlossen wird, der Druck vermindert wird und die Formbasis 33 auf der Trägerplatte 35 festgehalten wird.

In die Form 31 wird fließfähiges intumeszierendes Material gegossen, dann läßt man es erstarren, z.B. auf bekannte Weise in einer Trocknungskammer unter kontrollierten Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen, unter Bildung einer Schicht 41. Bei einer Abänderung dieses Verfahrens besteht die Basis 32 der Form 31 aus einem für Wasserdampf durchlässigen Material, z.B. aus Cellophan (Warenzeichen). In diesem Falle erfolgt auch eine Trocknung des intumeszierenden Materials durch Diffusion des Wasserdampfes durch die semipermeable Basis 32 in den Luftkasten 34. Eine glasartige Folie (Schicht), die gegebenenfalls eine vorher gebildete Schicht tragen kann, wird dann auf die Schicht 41 in der Form aufgebracht, die Form wird umgedreht und das Vakuum in dem Luftkasten 34 wird aufgehoben und die Form kann dann von der Schicht auf der glasartigen Folie abgezogen werden.

Die Fig. 5 zeigt eine Anordnung aus einer ersten glasartigen Strukturschicht 42, mehreren intumeszierenden Schichten 43, die so miteinander verbunden sind, daß sie eine Schicht 44 bilden, und einer zweiten glasartigen Strukturschicht 45. Es sind drei intumeszierende Schichten dargestellt, es sei jedoch darauf hingewiesen, daß irgendeine beliebige Anzahl von intumeszierenden Schichten verwendet werden kann zur Erzeugung der gewünschten Schichtdicke. Diese Schichten können, wie in bezug auf die Fig. 4 beschrieben, hergestellt werden, oder eine oder jede der äußeren Schichten kann direkt auf ihrer angrenzenden glasartigen

Schicht gebildet werden.

Die Fig. 6 zeigt eine andere Form des Sandwich-Aufbaus, der besteht aus einer ersten glasartigen Schicht (Folie) 46, einer ersten einzelnen intumeszierenden Schicht 47 und einer zweiten glasartigen Schicht (Folie) 48, auf die zwei intumeszierende Schichten 49 aufgebracht werden, die eine zweite Schicht 50 bilden, die ihrerseits von einer dritten glasartigen Schicht (Folie) 51 bedeckt ist. Es sei darauf hingewiesen, daß jede intumeszierende Schicht auf einer der glasartigen Schichten gebildet werden kann, bevor der Zusammenbau erfolgt, oder daß diese Schichten getrennt hergestellt werden können, beispielsweise wie in bezug auf Fig. 4 beschrieben, und daß sie dann auf die glasartigen Schichten (Folien) übertragen werden können. Es sei auch darauf hingewiesen, daß es, obgleich es in der Praxis zweckmäßig ist, nicht erforderlich ist, daß die beiden Schichten 47 und 50 aus dem gleichen intumeszierenden Material gebildet werden.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher erläutert, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein.

Beispiel 1 (Fig. 5)

Es wurde eine Sandwich-Struktur mit dem folgenden Aufbau hergestellt:

5 mm dicke Schichten (Folien) 42, 45 jeweils aus Glas, eine Schicht 44 aus drei Schichten 43 aus hydratisiertem Natriumsilikat einer Dicke von jeweils 1,1 mm.

Jede Schicht 43 wurde in einer Vorrichtung, wie sie in Fig. 4 erläutert ist, aus einer wäßrigen Lösung mit den nachfolgend angegebenen Eigenschaften hergestellt:

Gewichtsverhältnis  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$  3,3 bis 3,4  
Dichte: 37 bis 40<sup>o</sup> Baumé

Die so hergestellten Schichten wurden dann bei 35°C und 50 %iger relativer Feuchtigkeit getrocknet, bis sie nur noch 34 Gew.-% Restwasser enthielten.

Bei einer Variante dieses Beispiels bestand die Schicht 44 aus einer einzigen Schicht hydratisiertem Natriumsilikat einer Dicke von 2,5 mm.

#### Beispiel 2 (Fig. 6)

Es wurde eine Sandwich-Struktur mit dem folgenden Aufbau hergestellt:

3 mm dicke Schichten (Folien) 46, 48 und 51 jeweils aus Glas, eine einzige Schicht 47 aus hydratisiertem Natriumsilikat einer Dicke von 1,5 mm

eine Doppelschicht 50 aus hydratisiertem Natriumsilikat, in der jede Einzelschicht 49 eine Dicke von 1,5 mm hatte.

#### Beispiel 3

Bei einer Variante des Beispiels 1 wurden fünf Schichten aus hydratisiertem Natriumsilikat mit einer Dicke von jeweils 1,2 mm verwendet und die beiden Glasschichten (-folien) wurden chemisch

getempert.

#### Beispiel 4

Bei einer Abänderung des Beispiels 2 waren die beiden äußeren Glasschichten (-folien) 46, 51 jeweils 5 mm dick und die mittlere Schicht (Folie) 48 war 3 mm dick und jede der drei Schichten, die zur Herstellung der beiden intumeszierenden Schichten verwendet wurden, bestand aus hydratisiertem Kaliumsilikat und war 1,4 mm dick.

#### Beispiel 5

Gemäß einer Abänderung der vorstehend beschriebenen Beispiele, wobei als intumeszierendes Material hydratisiertes Natrium-silikat verwendet wurde, wurde jede Glasfolienoberfläche, die in der fertigen Platte an das intumeszierende Material angrenzte, mit einem Schutzüberzug aus Zirkoniumoxid einer Dicke von 400 Å versehen, der durch Pyrolyse aufgebrocht wurde. Bei einer Abänderung dieses Beispiels wurde der Zirkoniumoxid-Überzug durch einen solchen aus wasserfreiem Aluminiumphosphat ersetzt.

#### Beispiel 6

Bei einer Abänderung des Beispiels 1 wurde jede der fünf Schichten 43 aus hydratisiertem Aluminiumphosphat hergestellt und sie hatte eine Dicke von 0,3 mm und die Glasschichten (-folien) 42, 45 hatten jeweils eine Dicke von 4 mm. Vor der Herstellung der Sandwich-Struktur wurde ein 500 Å dicker Schutzüberzug aus wasserfreiem Aluminiumphosphat auf jede Glasfolienoberfläche,

die mit der intumeszierenden Schicht in Kontakt gebracht werden sollte, aufgebracht. Bei einer Abänderung dieses Beispiels bestand der Schutzüberzug aus Zirkoniumoxid.

#### Beispiel 7

Gemäß einer Abänderung des Beispiels 1 wurde jede der beiden Schichten 43 aus hydratisiertem Natriumaluminat hergestellt und sie hatten eine Dicke von 0,8 mm.

Bei einer Abänderung dieses Beispiels wurden die intumeszierenden Schichten jeweils hergestellt aus den nachfolgend angegebenen Metallsalzen in hydratisierter Form: Kaliumaluminat, Natriumplumbat, Kaliumplumbat, Natriumstannat, Kaliumstannat, Aluminiumnatriumsulfat, Aluminiumkaliumsulfat, Natriumborat, Natriumorthophosphat und Kaliumorthophosphat.

Eine Sandwichstruktur, wie sie beispielsweise in einem der Beispiele 1 bis 5 beschrieben wurde, wurde dann einer erfindungsgemäßen Behandlung auf die in bezug auf die Fig. 1 oder 3 beschriebene Weise unterzogen, so daß eine Bindung erzielt wurde.

Sandwich-Strukturen, die andere intumeszierende Materialien enthalten, können auf ähnliche Weise behandelt werden.

- . -

2752543

-35-

Nummer:

Int. Cl.:

Anmeldetag:

Offenlegungstag:

27 52 543

8 32 B 7/82

24. November 1977

1. Juni 1978

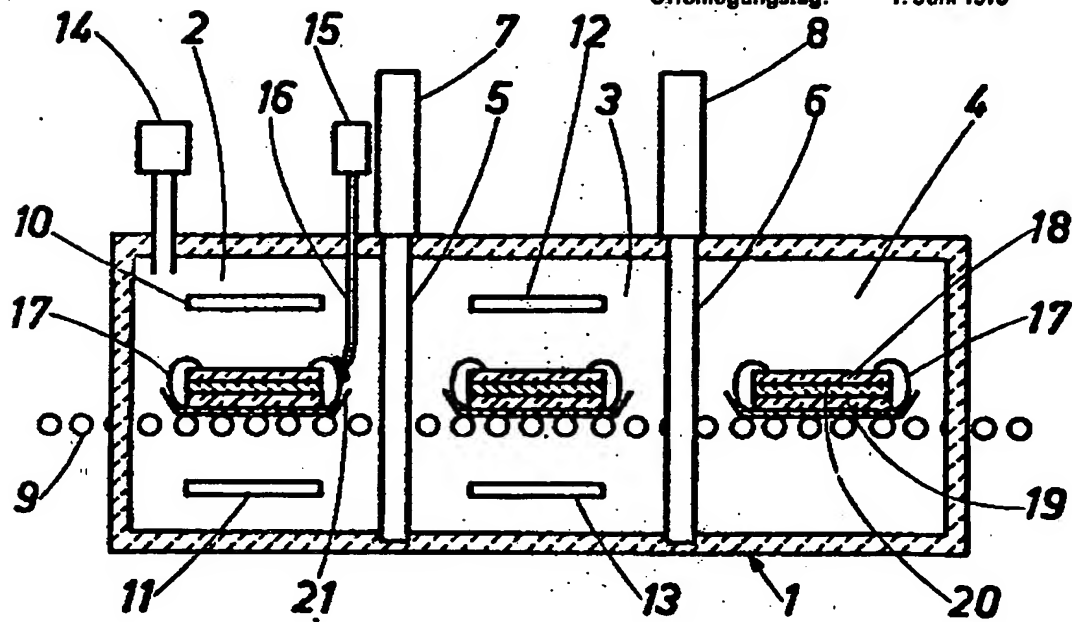


Fig. 1.

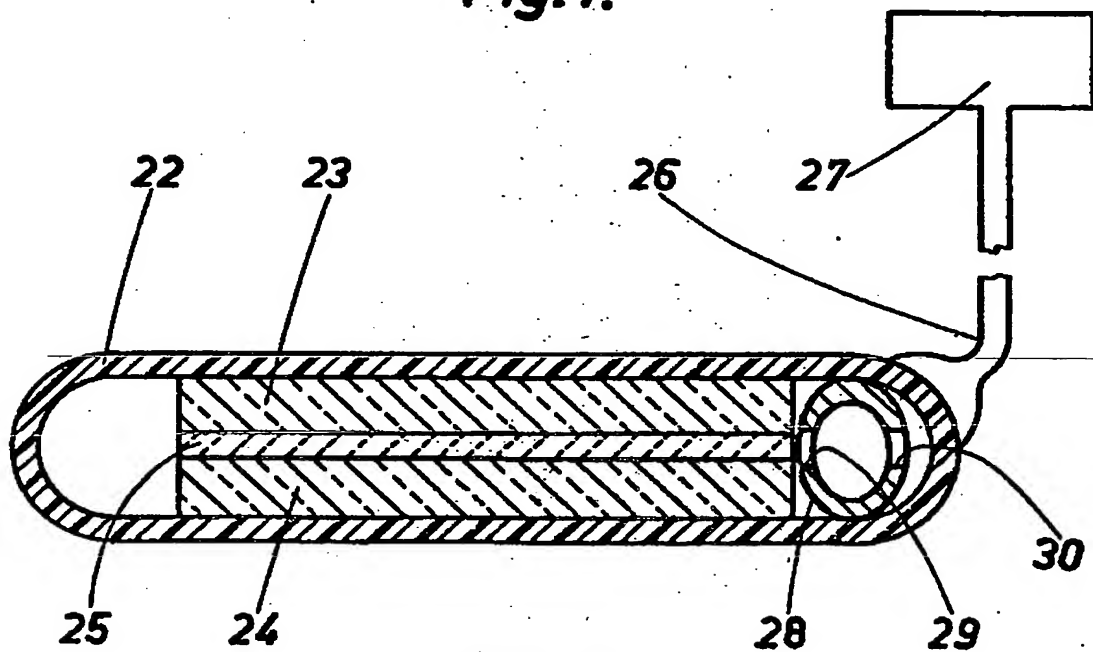


Fig. 3.

809822/0845

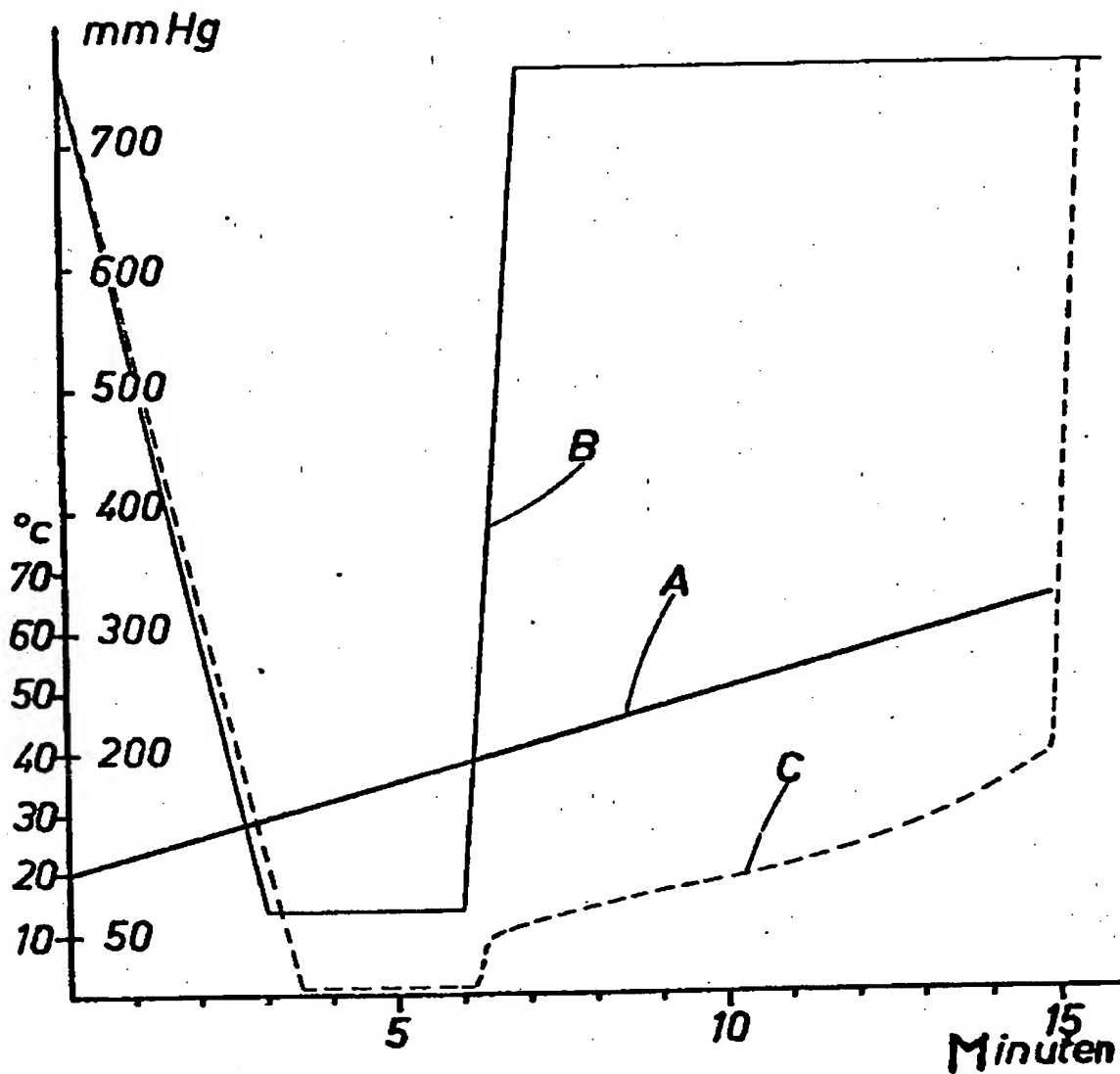


Fig. 2.



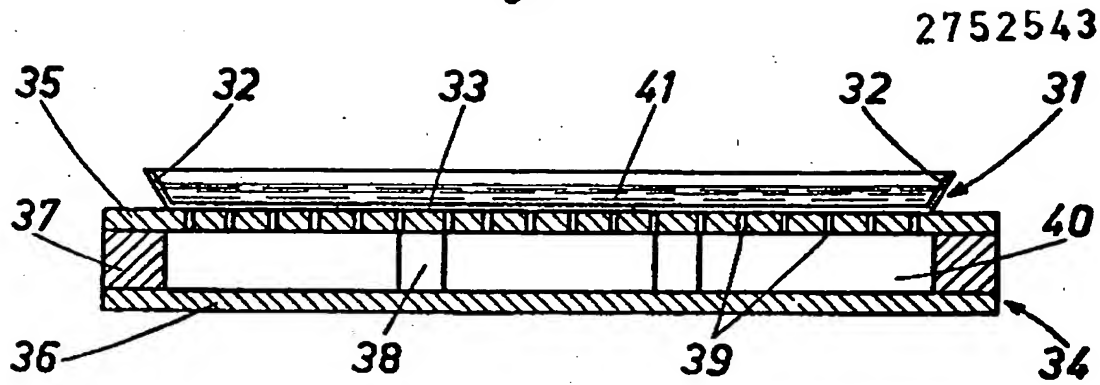


Fig. 4.

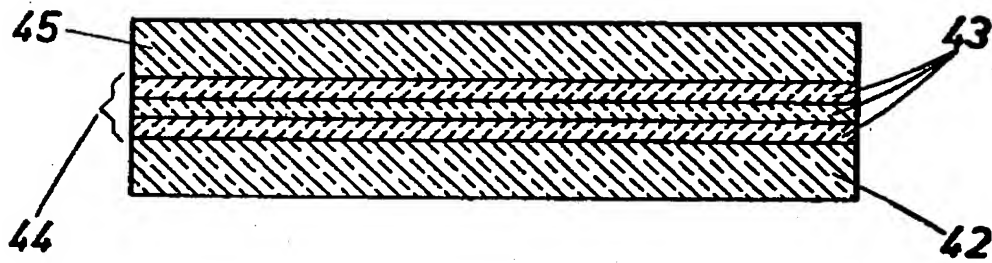


Fig. 5.

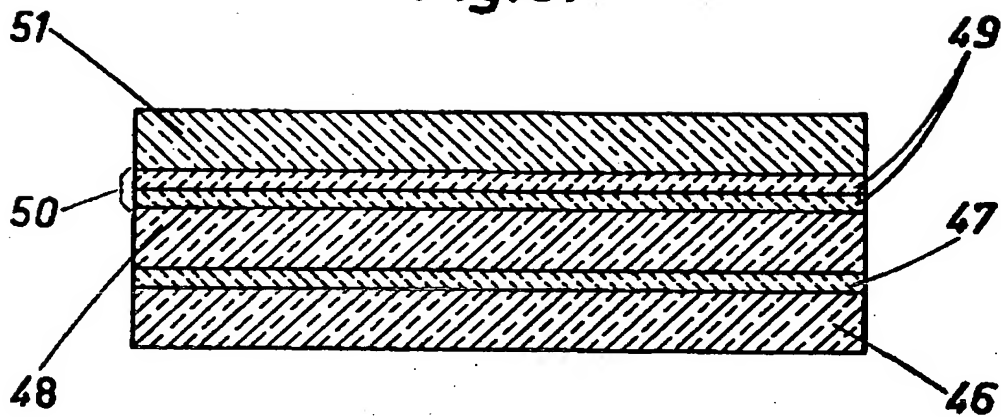


Fig. 6.